

荞麦预处理方式对生物类黄酮提取的影响

金红 甘肃省轻工研究院有限责任公司, 甘肃 兰州 730000

作者简介: 金红 (1968-), 女, 江苏常州, 本科, 高级工程师, 研究方向: 食品科技及发酵工程

摘要: 本试验以麻苦荞、黑苦荞和甜荞三类荞麦为样本, 依次探索了其壳与仁酶解、粉碎酶解和烘焙等三种预处理方式对黄酮提取效果的影响。试验结果表明酶解能较好的提高黄酮提取的效果, 尤其是甜荞仁效果显著; 研磨粉碎并进行酶解后, 麻苦荞壳和黑苦荞壳的颗粒越细提取效果越好, 甜荞变化不明显; 而三类荞麦仁的颗粒粗细程度对提取效果的影响无明显规律, 麻苦荞仁、甜荞仁在 40 目到 100 目范围内随着目数增大提取效果增强, 而黑苦荞仁在 100 目时提取出的黄酮量陡然下滑, 预计是仁的结构成分不同造成的, 有待进一步探索; 荞麦烘焙后黄酮含量有所增加, 熟甜荞的总黄酮含量增加幅度为 73.53%, 熟苦荞的总黄酮含量增加幅度为 95.05%; 熟麻苦荞的总黄酮含量增加幅度为 13.09%, 黑苦荞增幅最大。

关键词: 荞麦; 品种; 黄酮提取; 预处理

荞麦又名乌麦、花麦、三角麦, 为蓼科一年生宿根植物。荞麦起源于我国, 是一种古老的粮食作物, 早在公元前 5 世纪的《神农书》中已有记载。荞麦的种类很多, 但生产上栽培的荞麦主要有两种: 甜荞麦和苦荞麦。世界性荞麦多指甜荞, 苦荞麦在国外视为野生植物, 也有作饲料用的, 只有我国有栽培和食用习惯。在我国的栽培品种主要有甜荞和苦荞两种, 苦荞又分为麻苦荞和黑苦荞两种。

荞麦中均含有黄酮类物质, 其主要成分为芦丁。芦丁含量占总黄酮的 50%~90%^[1-2], 芦丁又名芸香甙、维生素 P, 具有降低毛细血管脆性, 改善微循环的作用, 在临床上主要用于糖尿病、高血压的辅助治疗^[3-4]。鉴于黄酮的医疗辅助和食用价值, 本试验通过对不同品种的荞麦及其壳与仁酶解、粉碎酶解和烘焙等三种预处理方式探索其生物类黄酮提取的影响, 以期为荞麦的精深加工提供帮助。

1 材料与方法

1.1 材料与试剂

黑苦荞、麻苦荞 甘肃省陇南地区产新鲜籽粒;

甜荞 甘肃省白银市会宁县产新鲜籽粒;

黄酮标样 (芦丁) 南京替斯艾么中药技术研究所;

纤维素酶、半纤维素酶、木聚糖酶 和氏璧生物技术有限公司

1.2 仪器与设备

高速粉碎机 中南制药机械厂 ZN-1000

电子天平 METTLER TOLEDO AL204

电热恒温水浴槽 600 北京科伟永兴

恒温振荡器 常州国华电器有限公司 SHA-C

电热恒温干燥箱 上海森信实验仪器有限公司 DGG-9030B

紫外-可见分光光度计 北京普析通用仪器有限责任公司 TU-1800

分样筛 浙江上虞市肖金洞桥五金纱筛厂

1.3 方法

1.3.1 荞麦预处理方式

1、荞麦→去杂→脱壳→荞麦仁、荞麦壳

2、荞麦仁、荞麦壳→酶解

3、荞麦壳→粉碎→筛分→40 目以上、40~60 目、60~80 目、80~100 目、100~120 目→酶解



荞麦壳→粉碎→筛分→40目以上、40~60目、60~80目、80~100目、100~120目→酶解

4、荞麦→去杂→烘焙

1.3.2 总黄酮的测定

按照农业部发布实施的测定方法进行操作 [5]。在波长 420nm 处测定吸光度，以吸光度值为横坐标，浓度值为纵坐标，绘制标准曲线，回归方程 $y=24.441x+0.0078$ ($R^2=0.9988$)。按照测定芦丁标准液吸光度的步骤测定待测液吸光度。

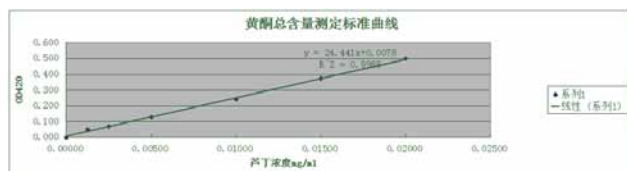
取 7 支 10mL 定容具塞比色管，按表 1 编号、操作后，于 420nm 处测定吸光度。

表 1 芦丁标准曲线

管号	0	1	2	3	4	5	6
0.0500mg/mL 芦丁标准液 (mL)	0	0.25	0.5	1.0	2.0	3.0	4.0
芦丁浓度 (mg/mL)	0	0.00125	0.0025	0.005	0.01	0.015	0.02
三氯化铝溶液 (0.2mol/L)	2mL						
乙酸钾溶液 (1mol/L)	3mL						
用甲醇水溶液 (7+3)	定容至 10mL						
	静置 30min						
OD420	0.000	0.049	0.071	0.130	0.244	0.374	0.500

以芦丁浓度为横坐标，吸光值为纵坐标绘制标准曲线(图 1)

图 1 黄酮总含量测定标准曲线



1.3.3 荞麦含水量和壳、仁占比的测定

分别称取黑苦荞、麻苦荞和甜荞各约 100g 于 105℃ 烘箱干燥 1h，取出后称量各样品的干重。将样品的壳仁分离，称重并记录数据，结果见表 2。

表 2 三类荞麦含水量和壳、仁比重

样品	黑苦荞		麻苦荞		甜荞	
原量(g)	100		99.98		99.76	
干重(g)	92.53		92.72		90.83	
含水量 H%	7.47%		7.26%		8.93%	
壳仁占比	壳	仁	壳	仁	壳	仁
	25.89%	74.11%	27.27%	71.10%	20.91%	79.90%

1.4 预处理方式及其总黄酮提取

1.4.1 荞麦壳、仁中黄酮的提取

称取三类荞麦壳、仁各 5g，壳以料：70%vol 乙醇 =1: 20，仁以料：70%vol 乙醇 =1:10 混合，70℃ 水浴提取三次，每次 3hr^[4]。

1.4.2 荞麦酶解处理后及黄酮提取

本试验选取的酶解条件^[7]为：料：水 =1:15，pH=4，60℃ 水浴酶解 4h，复合酶比例为纤维素酶：半纤维素酶：木聚糖酶 =5:10:2，然后按 1.4.1 所述方法提取黄酮。

1.4.3 荞麦研磨粉碎后颗粒粗细和酶解处理及黄酮提取

分别称取三类荞麦样品的壳、仁 [8]，经粉碎机粉碎后，用 40 目至 120 目的筛子分离不同粗细范围的颗粒。经 1.4.2 酶解条件酶解处理后提取黄酮，料：70%vol 乙醇 =1: 15，70℃ 水浴提取三次，每次 3hr。

1.4.4 整粒荞麦烘焙前后及黄酮提取

称取三类荞麦样品，经 180℃ 烘箱烘焙 20min，取出冷却至室温，并测定其相应的水分，料：70%vol 乙醇 =1:15，70℃ 水浴提取三次，每次 3hr。

2 结果与分析

2.1 荞麦壳、仁中黄酮含量

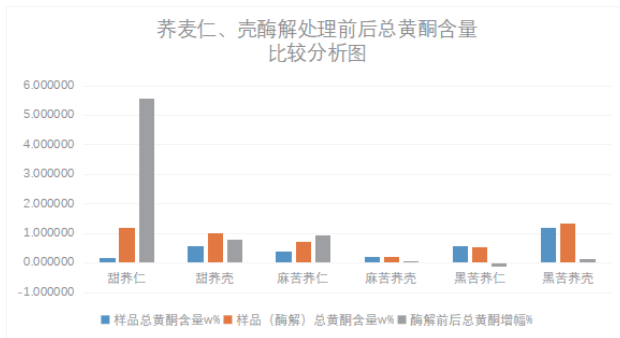
荞麦中壳仁黄酮总含量，结果见表 3。

2.2 经酶解处理的样品对黄酮提取的影响

荞麦经酶解后其总黄酮含量，结果见表 4。

比较表 3 与表 4 中的 w 数值变化情况，见表 5 及图 2。

图2 荞麦仁、壳酶解处理前后总黄酮含量比较分析图



由表5和图2可见,酶解处理能够较大程度的提高黄酮的提取效果,对甜荞仁的作用效果尤为显著。麻苦荞仁、麻苦荞壳以及黑苦荞壳在酶解后提取效果也有较大的提高。唯一例外的是黑苦荞仁,酶解处理后的提取效果反而降低,有待后期进一步试验研究。

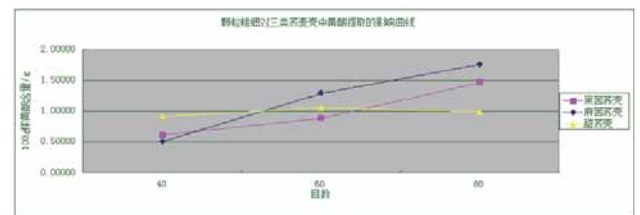
2.3 研磨粉碎后颗粒粗细和酶解处理对黄酮提取的影响

2.3.1 荞麦壳不同粉碎细度经酶解后对总黄酮提取的影响

荞麦壳经粉碎后不同粗细样品经酶解后,测定其黄酮含量,结果见表6。

我们根据以上数据,以目数为横坐标,提取的黄酮百分含量w为纵坐标,绘制了曲线图,见图3。

图3 颗粒粗细对荞麦壳中黄酮提取的影响曲线



由图2可知:对于黑苦荞壳和麻苦荞壳,它们的颗粒越细提取效果越好,而甜荞壳的提取效果与颗粒粗细无明显关系。

2.3.2 荞麦仁不同粉碎细度经酶解后对总黄酮提取的影响

荞麦仁经粉碎后不同粗细样品经酶解后,测定其黄酮含量,结果见表7。

我们根据以上数据,以目数为横坐标,提取的黄酮百分

表3 三类荞麦壳、仁中黄酮总含量测定

样品	TQR	TQK	MQR	MQK	HKQR	HKQK
m (g)	5.00	5.00	5.00	5.00	5.00	5.00
OD420	0.142	0.215	0.287	0.09	0.45	0.453
C (mg/mL)	0.00549	0.00848	0.01142	0.00336	0.01809	0.01822
V (mL)	2	1	0.1	0.2	1	0.2
D	5	10	100	50	10	50
样液总体积 (mL)	150	300	150	300	150	300
H	8.95	8.95	7.26	7.26	7.47	7.47
w%	0.18092	0.55865	0.36953	0.21759	0.58660	1.17847
壳、仁中黄酮含量 (g/100g)	0.14309	0.11681	0.26274	0.06288	0.43473	0.30511
混合样品黄酮总含量 (g/100g)	0.25990		0.32562		0.73983	
黄酮在壳、仁中分布的权重	55.05%	44.95%	80.69%	19.31%	58.76%	41.24%

注:1.表中TQR代表甜荞仁,TQK代表甜荞壳,MQR代表麻苦荞仁,MQK代表麻苦荞壳,HKQR代表黑苦荞仁,HKQK代表黑苦荞壳;2.C——由标准曲线计算得出的定容后荞麦壳、仁样液的总黄酮浓度的数值,单位为:mg/mL;3.V——待测样液的体积;4.D——待测样液的稀释倍数;5.H——样品水分的质量分数;6.m——用于提取所称取的样品的质量。7.w——样品中总黄酮含量(以干基,芦丁的质量分数计)。(下同)



表 4 经酶解处理后黄酮总含量测定

样品 (酶解)	TQR	TQK	MQR	MQK	HKQR	HKQK
样品质量 m (g)	5.00	5.00	5.00	5.00	5.00	5.00
OD420	0.405	0.215	0.250	0.055	0.184	0.288
C (mg/mL)	0.01625	0.00848	0.00991	0.00193	0.00721	0.01146
V (mL)	3	1.5	0.2	0.3	1	0.2
D	3.33	6.67	50	33.33	10	50
样液总体积 (mL)	333.3	533.3	333.3	533.3	333.3	533.3
H	8.95	8.95	7.26	7.26	7.47	7.47
w%	1.18861	0.99360	0.71228	0.22208	0.51819	1.31851
壳、仁中黄酮含量 (g/100g)	0.94008	0.20776	0.50643	0.06418	0.38403	0.34136
混合样品黄酮总含量 (g/100g)	1.14784		0.57062		0.72539	
黄酮在壳、仁中分布的权重	81.90%	18.10%	88.75%	11.25%	52.94%	47.06%

表 5 荞麦仁、壳酶解处理前后总黄酮含量的比较

荞麦	甜荞仁	甜荞壳	麻苦荞仁	麻苦荞壳	黑苦荞仁	黑苦荞壳
样品总黄酮含量 w%	0.180915	0.558653	0.369531	0.217589	0.586595	1.178475
样品 (酶解) 总黄酮含量 w%	1.188615	0.993595	0.712284	0.222082	0.518185	1.318511
酶解前后总黄酮增幅 %	557.00%	77.86%	92.75%	2.07%	-11.66%	11.88%

表 6 荞麦壳经粉碎和酶解处理后提取黄酮总含量的测定

样品 (酶解)	质量 m (g)	OD420	C	V*D	提取液总体积 (mL)	H	总黄酮含量 (g/100g)
KQK40	3.00	0.182	0.00713	10	240	7.47	0.61622
HKQK60	2.00	0.260	0.01032	10	160	7.47	0.89214
HKQK80	2.00	0.425	0.01707	10	160	7.47	1.47582
MKQK40	3.00	0.152	0.00590	10	240	7.26	0.50894
MKQK60	1.86	0.376	0.01506	10	148.8	7.26	1.29953
MKQK80	2.00	0.508	0.02047	10	160	7.26	1.76542
TQK40	5.00	0.263	0.01044	10	400	8.95	0.91743
TQK60	0.78	0.303	0.01208	10	62.4	8.95	1.06122
TQK80	2.00	0.284	0.01130	10	160	8.95	0.99292

注: 表中 HKQK40 表示黑苦荞壳无法透过 40 目标标准筛的样品, HKQK60 表示黑苦荞壳能通过 40 目但无法通过 60 目标标准筛的样品, 依次类推。其他字符含义同表 3。



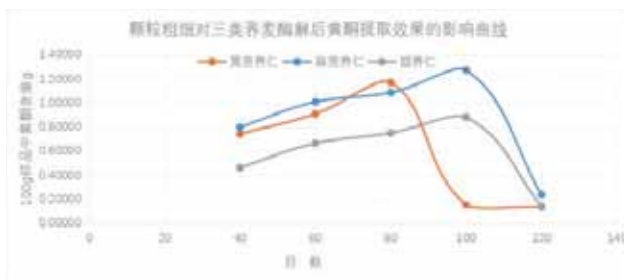
表 7 荞麦仁经粉碎和酶解处理后提取黄酮总量的测定

样品 (酶解)	质量 m (g)	OD420	C	V*D	提取液总体积 (mL)	H	总黄酮含量 (g/100g)
HKQR40	3.00	0.218	0.00860	10	240	7.47	0.74357
HKQR60	3.00	0.265	0.01052	10	240	7.47	0.90983
HKQR80	3.00	0.339	0.01355	10	240	7.47	1.17160
HKQR100	3.00	0.051	0.00177	10	240	7.47	0.15282
HKQR120	3.00	0.046	0.00156	10	240	7.47	0.13513
MQR40	3.00	0.234	0.00925	10	240	7.26	0.79836
MQR60	3.00	0.294	0.01171	10	240	7.26	1.01012
MQR80	3.00	0.316	0.01261	10	240	7.26	1.08777
MQR100	3.00	0.369	0.01478	10	240	7.26	1.27483
MQR120	3.00	0.075	0.00275	10	240	7.26	0.23718
TQR40	3.00	0.136	0.00525	10	240	8.95	0.46087
TQR60	3.00	0.193	0.00758	10	240	8.95	0.66578
TQR80	3.00	0.217	0.00856	10	240	8.95	0.75206
TQR100	3.00	0.253	0.01003	10	240	8.95	0.88148
TQR120	3.00	0.047	0.00160	10	240	8.95	0.14092

注：表中 KQR40 表示黑苦荞仁无法透过 40 目标准筛的样品，HKQR60 表示黑苦荞仁能通过 40 目但无法通过 60 目标准筛的样品，依次类推。其他字符含义同表 3。

含量 w 为纵坐标，绘制了曲线图，见图 4。

图 4 颗粒粗细对荞麦仁酶解后黄酮提取的影响



由图 4 可知：麻苦荞仁、甜荞仁在 40 目到 100 目范围内随着目数增大提取效果增强，而黑苦荞仁在 100 目时提取出

的黄酮量陡然下滑。这与我们预期的随目数增加提取效果增强是不符的，我们推测出现上述结果是由荞麦仁中的不同结构在粉碎机中的粉碎程度存在差异，而黄酮在荞麦仁不同部位中的含量存在差异造成的。由此推测，我们假设在 40 目到 80 目之间，荞麦仁的组分比较靠近，而接近或大于 100 目时仁的组分中黄酮含量就有明显的差异，此假设有待进一步的实验验证。

2.4 整粒烘焙处理前后黄酮提取的影响

荞麦烘焙前后，提取黄酮，合并各自的提取液，进行总黄酮的测定，测定结果见表 8。



表 8 荞麦烘焙处理前后总黄酮提取效果比较

样品	总黄酮含量 (g/100g)		增减率 %
	生荞麦	熟荞麦	
甜荞麦	0.06717	0.11656	73.53%
黑苦荞麦	0.111613	0.217704	95.05%
麻苦荞麦	0.188603	0.213282	13.09%

由表 8 可知,荞麦烘焙后黄酮含量有所增加,熟甜荞的总黄酮含量增加幅度为 73.53%,熟黑苦荞的总黄酮含量增加幅度为 95.05%;熟麻苦荞的总黄酮含量增加幅度为 13.09%,黑苦荞增幅最大。

3. 结论

本试验以麻苦荞、黑苦荞和甜荞三类荞麦为样本,依次探索了其仁和壳酶解、粉碎酶解和整粒烘焙等预处理方式对黄酮提取效果的影响,试验结果表明:

一是酶解能较好的提高生物类黄酮提取的效果。尤其是甜荞仁效果显著;研磨粉碎并进行酶解后,麻苦荞壳和黑苦荞壳的颗粒越细提取效果越好,甜荞变化不明显。

二是,三类荞麦仁的颗粒粗细程度对生物类黄酮提取效果的影响无明显规律。麻苦荞仁、甜荞仁在 40 目到 100 目范围内随着目数增大提取效果增强,而黑苦荞仁在 100 目时提取出的黄酮量陡然下滑,预计是仁的结构成分不同造成的,有待进一步探索。

三是整粒荞麦烘焙后黄酮含量有所增加。熟甜荞的总黄酮含量增加幅度为 73.53%,熟苦荞的总黄酮含量增加幅度为 95.05%,熟麻苦荞的总黄酮含量增加幅度为 13.09%,黑苦荞增幅最大。

通过对三类荞麦预处理后总黄酮含量的测定试验,初步得出了酶解和烘焙可以增强生物类黄酮的提取效果的结论,而改变颗粒粗细程度似乎在不同荞麦中的作用效果不同,不同种类的荞麦其壳仁组成、结构都存在差异,黄

酮在内部的分布也存在差异,很难用统一的方案去最大程度的提取不同种类荞麦中的生物类黄酮。所以,还需要针对不同种类的荞麦,设计最合适的荞麦中生物类黄酮提取方案。■

参考文献

- [1] 唐宇,赵钢.荞麦中黄酮含量的研究[J].四川农业大学学报,2001,19(4):352-354.
- [2] 张琪,刘慧灵,朱瑞,陈建民.苦荞麦中总黄酮和芦丁的含量测定方法的研究[J].食品科学,2003,24(7):113-116.
- [3] 薛长勇,张月红,刘英华,郑子新,张荣欣,景洪江,张永.苦荞黄酮降低血糖和血脂的作用途径[J].中国临床康复,2005,9(35):111-113.
- [4] 王斯慧,白银花,黄琬凌,曾里,曾凡骏.苦荞黄酮对 α -葡萄糖苷酶的抑制作用研究[J].食品科技,2012,(2):24-26,31.
- [5] 中华人民共和国农业部,荞麦及其制品中总黄酮含量的测定 NY/T 1295-2007[S],北京:农业部,2007.
- [6] 姜忠丽,王俊伟.苦荞麦中总黄酮提取工艺的研究[J],农业机械,2011,(20):166-168.
- [7] 李玉忠,路宏科,陈兴叶,金红,张怀予,张小燕,彭涛.利用生物酶解技术提高小麦麸皮食用性的研究[J].价值工程,2014,33(11):301-303.
- [8] 闫超,郭军,张美莉.荞麦中黄酮类化合物研究进展[J].中国食物与营养,2015,21(2):65-69.

